

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-322521

(43)公開日 平成6年(1994)11月22日

| (51)Int.Cl. ⁵ | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|--------------------------|------|---------|-----|--------|
| C 2 3 C 14/06 | Z | 9271-4K | | |
| 14/24 | C | 9271-4K | | |

審査請求 未請求 請求項の数5 OL (全9頁)

(21)出願番号 特願平5-111935

(22)出願日 平成5年(1993)5月13日

(71)出願人 000003160

東洋紡績株式会社

大阪府大阪市北区堂島浜2丁目2番8号

(72)発明者 松田 修成

滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合研究所内

(72)発明者 伊関 清司

滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合研究所内

(72)発明者 森原 芳治

滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合研究所内

(74)代理人 弁理士 高島 一

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 連続蒸着方法およびその装置

(57)【要約】

【目的】 均一な組成、特性をもつ蒸着膜を連続的に作製しうる連続蒸着方法およびその装置を提供することである。

【構成】 蒸着原料を蒸着膜を構成する組成の少なくとも2以上に分けて蒸発させ、かつ分けた蒸着原料を蒸着源の加熱面に対して下から連続的に、あるいは独立かつ連続的に供給することを特徴とする連続蒸着方法。少なくとも1つの加熱源と、蒸着原料を組成別の少なくとも2以上に分けてなる蒸着源とよりなり、かつ組成別の蒸着原料が蒸着源の加熱面に対して下から連続的に、あるいは独立かつ連続的に供給される構成をもち、さらには基材を連続的に走行させる装置を併設することを特徴とする連続蒸着装置。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 蒸着原料を蒸着膜を構成する組成の少なくとも2以上に分けて蒸着させ、かつ分けた蒸着原料を蒸着源の加熱面に対して下から連続的に供給することを特徴とする連続蒸着方法。

【請求項2】 蒸着原料を蒸着膜を構成する組成別の蒸着原料毎に分けて蒸着させ、かつ組成別とした蒸着原料を蒸着源の加熱面に対して独立に供給することを特徴とする請求項1記載の連続蒸着方法。

【請求項3】 少なくとも1つの加熱手段と、蒸着膜を構成する組成の少なくとも2以上に分けてなる蒸着源とよりなり、かつ蒸着原料が蒸着源の加熱面に対して下から連続的に供給される構成としたことを特徴とする連続蒸着装置。

【請求項4】 基材を連続的に走行させる装置を併設してなる請求項3記載の連続蒸着装置。

【請求項5】 蒸着膜を構成する組成別の蒸着原料毎に分けてなる蒸着源を備え、かつ組成別とした蒸着原料が蒸着源の加熱面に対して独立に供給される構成をもつことを特徴とする請求項3および4記載の連続蒸着装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、基材表面に蒸着膜を連続的に作製するための連続蒸着方法およびその装置に関する。詳細には、蒸着原料を蒸着膜を構成する組成別の少なくとも2以上に分けて蒸着させ、かつ分けた蒸着原料を蒸着源の加熱面に対して下から連続的に供給することを特徴とする連続蒸着方法およびその装置に関する。

【0002】

【従来技術】 一般的に、化合物あるいは合金等を主成分とする薄膜を形成する方法としては真空蒸着、スパッタリング、CVD等のドライプロセスで形成する方法が適しているが、なかでも、高速製膜の点からは、真空蒸着法が最も有利である。この中でも、経済性や材料適応性が高いことから、電子ビーム(EB)をはじめとするビーム加熱蒸着法が盛んに使われるようになってきた。また、蒸着した基材を大量生産するために、基材を連続的に走行させるロールコーター型をはじめとする装置を併設してなるビーム加熱式連続蒸着装置が用いられる。

【0003】 このようなビーム加熱式蒸着装置を用いて、化合物あるいは合金等を主成分とする薄膜を連続して作製する場合、蒸着源としては、原料を希望する組成の膜になるように混合しておく方法や粉体を混合した原料を焼結しそれを蒸着源とする方法等がある。更に、長時間の製膜を可能にするためには蒸着原料の補充を行う。一般に用いる補充法としては、①適当な大きさの細粒に形成した蒸着原料をホッパーから樋を経て、るつぽに連続供給する方法(図5)、②るつぽにワイヤー状の蒸着原料を連続供給する方法(図6)、③るつぽ下部に棒状の蒸着原料を収容する容器を設け、駆動軸により蒸

着原料をるつぽ内に供給する方法(図7)が知られている。

【0004】 このようなビーム加熱式蒸着装置で化合物あるいは合金等を主成分とする薄膜を連続して作製する場合、次のような問題があった。原料を混合して蒸着源としてビーム加熱蒸着をおこなった場合には、原料混合の均一性が問題となる。また、十分に混合したのちに粉体を焼結したものを蒸着原料として使用しても各原料の蒸気圧の差から長時間の蒸着では徐々に組成がずれる。そのため、長尺試料の始めと終わりとは組成の差が大きくなり、このことから一度に作製できる長さが制限され、長時間の蒸着が可能な薄膜材料は限られていた。

【0005】 一方、蒸着原料の補充方法においても、蒸着原料が単一物質の場合には、ほぼ満足できるものの、化合物あるいは合金のビーム加熱蒸着の場合には、維持しなければならない条件が微妙であるため、わずかな蒸着条件の変化によって作製した薄膜の特性が大きく変わってしまう。即ち、原料供給時のわずかな変化(以下、この変化を浄乱という)により、作製した薄膜組成の幅方向、長さ方向でのズレが大きくなり、歩留率が低下するなど長尺蒸着フィルムの作製が難しかった。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、均一な組成、特性をもつ蒸着膜を連続的に作製しうる連続蒸着方法およびその装置を提供することである。特に、本発明は、化合物あるいは合金等を主成分とする蒸着膜を均質にかつ連続的に作製しうる連続蒸着方法およびその装置を提供することを目的とするものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、上記目的を達成するために鋭意研究を重ねた結果、蒸着膜を作製するにあたり、蒸着源として蒸着原料を蒸着膜を構成する組成の少なくとも2以上に分けたものを用いることにより、均一な組成、特性からなる蒸着膜を作製することができ、かつ原料の供給に際しても浄乱の影響を受けにくいことを見出した。さらに本発明者は、蒸着原料の供給において、蒸着原料を蒸着源の加熱面に対して下から連続的に供給することにより上記効果がより増強されることを見出した。本発明は、上記方法が、特に従来形成が困難であるとされていた化合物あるいは合金などを原料とする均質な蒸着膜の作製に極めて有用であることを確認して完成されたものである。

【0008】 即ち、本発明は、蒸着原料を蒸着膜を構成する組成の少なくとも2以上に分けて用いること、および分けた蒸着原料を蒸着源の加熱面に対して下から連続的に、あるいは独立的かつ連続的に供給することを特徴とする連続蒸着方法である。さらに本発明は、少なくとも1つの加熱源と、蒸着原料を組成別の少なくとも2以上に分けてなる蒸着源とよりなり、かつ組成別の蒸着原料が蒸着源の加熱面に対して下から連続的に、あるいは

3

独立かつ連続的に供給される構成をもち、さらには基材を連続的に走行させる装置を併設することを特徴とする連続蒸着装置である。

【0009】本発明で用いられる蒸着原料としては、蒸着可能なものであれば、特に限定されない。好ましくは真空蒸着可能なものであり、より好ましくは合金、化合物あるいは混合物である。合金、化合物あるいは混合物としては、非金属元素(B、C、Si、P、S、Ge、As、Se等)、金属元素(Na、Mg、Al、K、Ca、Sc、Ti、V、Sb、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、Ga、T、Zr、Nb、Mo、Ag、Cd、In、Sn、Ta、W、Au、Pb等)や希土類元素(Nb、Sm、Gd、Tb等)などを組成とするものであればよい。例えば合金としては、Fe-Ni、Ni-Co、Al-Fe、Zn-Cr、Ag-Au等、又、化合物としては、 Al_2O_3 、 B_2O_3 、 BaO 、 Bi_2O_3 、 CaO 、 CeO_2 、 Cr_2O_3 、 Fe_3O_4 、 In_2O_3 、 MgO 、 MnO 、 MoO_3 、 Na_2O 、 Nd_2O_3 、 NiO 、 PbO 、 Sb_2O_3 、 SiO 、 SiO_2 、 TiO_2 、 Tl_2O_3 、 V_2O_5 、 WO_3 、 ZnO_2 等の酸化物、 MnS 、 PbS 、 SnS 、 ZnS 、 $CdSe$ 、 $InSe$ 、 $SbSe$ 、 $SiTe$ 、 $SnTe$ 等の硫化物、テルル化物、セレン化物、 $AgCl$ 、 $CoCl_2$ 、 $CrCl_2$ 、 $FeCl_2$ 、 KCl 、 $NaCl$ 、 AlF_3 、 CaF_2 、 CeF_3 、 CsF 、 NaF 、 $CoBr_2$ 、 $CsBr$ 、 $MgBr$ 、 $NiBr$ 、 NaI 、 KI 、 CuI 等のハロゲン化物等が挙げられる。

【0010】本発明においては、蒸着原料を蒸着膜を構成する組成の少なくとも2以上に分けて蒸発させることを特徴とし、例えば合金や化合物を蒸着原料として用いる場合、その組成において異なる少なくとも2以上のものに分けて蒸着源とすることをいう。具体的には2元の合金の場合、FeCo合金ではFeとCoに、FeNi合金ではFeとNiに分けて用いる。また、2元の化合物の場合、ITO($In_2O_3-SnO_2$)では、 In_2O_3 と SnO_2 とに分けたり、或いはInとSnに O_2 ガスを導入する反応性蒸着法を用いることもできる。又、3元以上の合金、化合物薄膜の場合、各々の単元材料まで別々にしてもよいし、蒸着条件の差の小さい合金、化合物が含まれ蒸着時の問題が少ない場合には、一部の化合物、合金をそのまま一つにしてもよい。すなわち、A-B-C系合金、化合物薄膜を作成したい場合、蒸着原料としてA、B、Cの3つに分けてもよいし、ABとC、AとBC、ACとBの2つに分けることも考えられる。このように蒸着原料を2つ以上に分ける分け方としては、各組成の蒸気圧の差、或いは、化合物、混合物の安定性により適宜設定してよい。なお、本発明においてより好ましくは、蒸着原料を蒸着膜を構成する組成毎に分けた蒸着源を用いることである。

【0011】本発明で用いる蒸着原料の形状は、粒状、

4

粉状など特に制限はないが、蒸着原料の連続的供給を簡便にするため、また蒸着時の飛散を防止するために、必要に応じて結合剤または粘結剤、滑沢剤などの成形助剤を添加し、圧縮成形押出成形などの方法により円柱状、立方体状、直方体状等に成形してもよい。また原料中に含まれる水分、内蔵ガス、不純物などを除去するために、蒸着前に空气中、不活性ガス中または真空中で乾燥または焼成を行ってもよい。

【0012】本発明においては、また、蒸着原料の供給に関し、蒸着原料を蒸着源の加熱面に対して下から連続的に供給することを特徴とする。ここに、蒸着源の加熱面とは、るつぼ等の容器に収容した蒸着原料が加熱手段によって加熱される表面部分をいう。この領域にある蒸着原料は加熱により蒸発もしくは昇華して消費されるため、連続蒸着のためには蒸着原料の補充が必要となる。蒸着原料の供給は、蒸着原料が上記の加熱面に対して下から供給されればよい。すなわち、蒸着原料が下から加熱面に達するような供給であればよく、蒸着原料が加熱面に達する前の段階における方向性は問わない。かかる前段階では加熱面に対し横方向或いは上方向であってもよい。具体的には、図3に示すような単純押し上げであったり、図4に示すような横からの移動方式であってもよい。

【0013】蒸着原料の供給においては、連続蒸着を行う上で蒸着原料の不足がおこらなければよく、継続的あるいは間欠的供給であってもよい。好ましくは継続的供給であり、蒸着原料の加熱面がほぼ一定になるような供給である。

【0014】また、上記供給において供給速度は特に制限されない。供給速度は、組成別の2以上に分けた蒸着原料の蒸発、蒸着速度に応じて調整されることが好ましい。より好ましくは、蒸着原料を組成別にわけ、かつ供給速度も組成別に独立にそれぞれの蒸発、蒸着速度に応じて調整することである。これによると各蒸着膜の各組成の蒸着速度に合わせて供給でき、常に一定の安定した速度での蒸着が可能となる。

【0015】本発明の連続蒸着方法は、蒸着源および蒸着原料の供給に関して上記の特徴を有する方法であり、蒸着に要する他の部分、例えば加熱手段、蒸着用基材側の構成、基材の前処理や後処理に要する部分、防着板等の水冷法などについては、連続蒸着法において一般的に使用される方法を用いることができる。

【0016】例えば、加熱手段としては抵抗加熱、高周波誘導加熱、ビーム加熱等を使用することができる。好ましくはビーム加熱であり、中でも高エネルギー密度ビームが好ましく、具体的には電子ビーム、各種のイオンビームおよびレーザービーム等が例示される。また用いる加熱源としては、少なくとも1つでよい。例えば、ビーム源を例にとると、ビーム単体でも複数でもよく、複数の場合その種類は特に制限されない。すなわち、他の

ビーム源との共用でも、また他の加熱手段との併用でもよい。

【0017】このような加熱手段により加熱された蒸着原料は、蒸気となり適当な基材表面に凝縮して薄膜（蒸着膜）を形成する。この際の条件（例えば、蒸着時の圧力、温度、蒸着速度）などについては、特に制限されないが、真空中で加熱、蒸着を行う真空蒸着法によることがより好ましい。また、基材にバイアス等を加えたり、蒸着時に基材温度を上昇あるいは冷却するなど蒸着条件を変化させても問題にはならない。また、反応性ガスとして、酸素、窒素、水蒸気等を導入したり、オゾン、イオンアシスト等を用いたりする反応性蒸着に対しても、本発明は適用できる。

【0018】蒸着膜を形成させる対象としての基材は、蒸着可能なものであればよく、材質、形状などにより特に制限されない。材質としては、例えばプラスチック、金属、セラミックス、ガラスなどが挙げられる。以下、基材が例えばプラスチックフィルムである場合を例として説明する。このようなプラスチックフィルムは、例えば有機高分子を溶融押出しをして、必要に応じ、長手方向、および、または、幅方向に延伸、冷却、熱固定を施すことなどにより調製される。ここで使用される有機高分子としては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエチレンテレフタート、ポリエチレン-2、6-ナフタレート、ナイロン6、ナイロン4、ナイロン66、ナイロン12、ポリ塩化ビニール、ポリ塩化ビニリデン、ポリビニールアルコール、全芳香族ポリアミド、ポリアミドイミド、ポリイミド、ポリエーテルイミド、ポリスルホン、ポリフェニレンスルフィド、ポリフェニレンオキサライドなどが例示される。また、これらの（有機重合）有機高分子は他の有機重合体を少量共重合したり、ブレンドしたりしてもよい。

【0019】さらにこの有機高分子には、公知の添加剤、例えば、紫外線吸収剤、帯電防止剤、可塑剤、滑剤、着色剤などが添加されていてもよい。また、蒸着膜の密着力などを向上させる目的で基材の少なくとも片面がシランカップリング剤やプライマーが塗布されたもの、コロナ放電処理、低温プラズマ処理などの表面処理が施されたもの、あるいは一軸延伸されたプラスチックフィルムであってもよい。また、蒸着膜組成の安定化や密着力の向上のために基材を蒸着中あるいは蒸着後に加熱してもよい。また、材質が金属、セラミックス、ガラスなどである場合の基材についても同様である。

【0020】また形状としては、板状、フィルム状、ファイバー状などが例示される。好ましくは、本発明の連続蒸着方法および連続蒸着装置がより効果的に使用される形状であり、例えば、前述の形状をもちかつ長尺状をしたものが挙げられる。また装置に装着、或いは取り出される時には折り畳まれていたり、ロール状をしていてもよい。また、上記形状の基材が連続的に走行するよう

な態様をもっていればさらに好ましい。

【0021】本発明の連続蒸着装置は、本発明の方法を効果的に実施するために使用される装置であり、上述のことが同様に適用される。以下、本発明の連続蒸着装置の一態様を図面に示し、説明する。図1において、Jは連続蒸着装置であって、少なくとも1つの加熱手段（10）と、蒸着原料を蒸着膜を構成する組成物の少なくとも2以上に分けてなる蒸着源（2）とよりなる。また、分けられた蒸着原料は蒸着源の加熱面（3）に対して下から連続的に供給される構成とすることを特徴とするものであり、好ましくは基材を連続的に走行させる装置Rを併設してなるものである。蒸着源は、例えばるつぼ等の耐熱性容器に蒸着原料を収容してなる。この例では2個の蒸着源2aと2bを備える。本発明で用いられる蒸着源としては、例えば図3で示すような単純押上げ構造、図4で示すような横からの移動構造もしくは上からの移動構造をしたものが挙げられる。

【0022】基材を連続的に走行させる装置としては、基材を蒸着源の上方を走行させてその片面に蒸着膜を形成させるようなものであれば、特に限定されることはない。具体的には、図1中Rで示した装置などが例示されるが、この場合、基材（18）は連続的に巻だしロール（13）から送出され、巻取りロール（14）に巻取られるかたちで連続的に走行する。その間、基材は蒸着源（2）の上方に位置するチルロール（15）を經由し、この經由時に蒸着原料の蒸気に触れることにより蒸着が行われる。装置の走行速度は特に制限されないが、実用的には高い方が望ましく、好ましくは1m/min以上、さらに好ましくは5m/min以上である。また、走行方向も制限されず、一方方向およびその反対方向の走行も、また往復走行も可能である。チルロールは、蒸着時の基材温度を上昇あるいは冷却させるような温度調節機能またはその他の機能を具備していてもよい。また、基材に対する熱の影響を防ぎ、基材のしわ発生を防止するために、基材を冷却する予備冷却ロールなどを装備していてもよい。

【0023】基材に付加されるテンションとしては、しわ発生等がなく、走行がスムーズに行われるような条件であれば特に制限がない。また、テンションコントロールが可能な方が望ましい。また、基材の静電気による帯電を低減させるための工夫や除電装置を付加してもよい。このような工夫、装置としては各ロールの電位を調節したり、アースを強化する又は除電ブラシ、イオンフロー、プラズマ処理等の除電装置が例示される。

【0024】次に実施例、比較例をあげて本発明をさらに具体的に説明するが、本発明は以下の実施例により何ら限定されるものではない。

【0025】

【実施例・比較例】

実施例1

蒸着装置は、図1に示すように加熱手段(10)として1台の電子銃(以下EB銃)および蒸着源として2つのるつばに蒸着原料を Al_2O_3 と SiO_2 を別々に収容したもの(2a, 2b)を用いた。また、該蒸着源は、図3に示すようにるつば(1)と押上具(4)より構成され、蒸着原料(2)を加熱面(3)より下方から供給可能となっている。蒸着源(2a)としては、3~5mm程度の大きさの粒子状の Al_2O_3 (純度99.5%)を、また蒸着源(2b)としては、同粒子状の SiO_2 (純度99.9%)を用い、蒸着基材(18)である10 2 μ m厚のPETフィルム(東洋紡績(株):E510)上に $Al_2O_3-SiO_2$ 薄膜系ガスバリア膜の形成を行った。フィルム送り速度は100m/minとし、上記EB銃で Al_2O_3 と SiO_2 のそれぞれを時*

*分割で加熱して蒸発させ、上記PETフィルム(18)上に Al_2O_3 と SiO_2 の複合膜を作成した。その時のEB銃のエミッション電流を1.2Aとし、 Al_2O_3 と SiO_2 への加熱比は、40:10とし、 Al_2O_3 比率を55重量%、膜厚500Åを目標として薄膜を作った。ここで、供給用原料の送り速度は、各々独立に2aを0.5mm/min、2bを0.3mm/minとした。このように作製した長尺フィルムの蒸着開始の位置から、10、100、500、1000mの所などをサンプリングし、組成分析(ICP分析)を行い、膜厚、酸素バリア性を測定した。

【0026】

【表1】

| フィルム位置 (m) | 実施例1 | | | |
|---------------|-----------|---------|-----------|---------------------------------------------|
| | 組成(%) | | 膜厚 (Å) | 酸素バリア性 ($CC/m^2 \cdot 24hr \cdot atm$) |
| | Al_2O_3 | SiO_2 | | |
| 10 | 55 | 45 | 300 | 2.0 |
| 100 | 54 | 46 | 310 | 2.4 |
| 500 | 55 | 45 | 300 | 2.1 |
| 1000 | 56 | 44 | 300 | 2.5 |
| 3000 | 55 | 45 | 295 | 2.2 |
| 5000 | 56 | 44 | 290 | 2.4 |
| 10000 | 55 | 45 | 300 | 2.7 |
| 20000 | 55 | 45 | 300 | 2.2 |
| 40000 | 55 | 45 | 300 | 1.9 |

【0027】その結果得られたガスバリアフィルムの蒸着膜の組成比率はほぼ一定であり、また酸素バリア性も良好で、長さ方向に特性の均一な長尺フィルムが得られた。

【0028】比較例1

用いた蒸着装置は1台のEB銃と1つの蒸着源を用いてなり、原料はホッパー(6)と樋(7)を用いて、るつばに連続的に補給できるようになっている。このるつば

に、 Al_2O_3 と SiO_2 を蒸着層の組成比に混合し、1つのるつばにいれ、補給原料も、 Al_2O_3 と SiO_2 粉末の混合物を用いた。作製したサンプルを実施例1と同様にサンプリングして、組成分析、膜厚測定および酸素バリア性を測った。

【0029】

【表2】

| フィルム位置 (m) | 比較例 1 | | | |
|---------------|-------------------------|----------------|-----------|-------------------------------------------------------------------------|
| | 組成 (%) | | 膜厚 (Å) | 酸素バリア性 ($\text{CC}/\text{m}^2 \cdot 24\text{hr} \cdot \text{atm}$) |
| | Al_2O_3 | SiO_2 | | |
| 10 | 55 | 45 | 300 | 1.9 |
| 100 | 64 | 36 | 220 | 2.3 |
| 500 | 78 | 22 | 150 | 2.8 |
| 1000 | 85 | 15 | 80 | 10.0 |
| 3000 | 92 | 8 | 40 | 100.0 |
| 5000 | 95 | 5 | 30 | Over |
| 10000 | 96 | 4 | 30 | Over |
| 20000 | 97 | 3 | 20 | Over |
| 40000 | 99 | 1 | 30 | Over |

*Over: $200 \text{ CC}/\text{m}^2 \cdot 24\text{hr} \cdot \text{atm}$ 以上

【0030】その結果、蒸着が進むにつれ、 SiO_2 の比率が徐々に下り、サンプルの後半では SiO_2 比率が1/3にまで下がった。そのため、ガスバリア特性の変化も大きく、不良と判断された。また加熱による原料の飛沫をさけるためEB銃のエミッション電流は0.8Aまでしか上げることができず、フィルムの送り速度も60m/minまでしかあげられなかった。

【0031】実施例2

用いた蒸着装置は、図2に示すように2台のEB銃(10)と2つの蒸着源(2a, 2b)を用いた構成のものである。また、蒸着源は図4に示すように、蒸着原料を、加熱面3に対して下から供給可能になっている。蒸着原料として、1mm程度の大きさの粒子状の In_2O_3 (純度99.5%)と SnO_2 (純度99.8%)を用い、100 μm 厚のPETフィルム(東洋紡績

(株):E5100)上に透明導電膜フィルムを形成した。蒸着原料は、混合しないように、各々2つのるつぽを使い入れた。フィルム送り速度50m/minとし、加熱手段として2台のEB銃を用い、 In_2O_3 と SnO_2 のそれぞれを加熱した。その時のEB銃のエミッション電流は、0.7A、1.1Aとした。ここで供給用原料の供給速度は、0.8mm/minとした。このように作製した長尺フィルムから、蒸着開始の位置から、100、500、1000、3000mの所等をサンプリングし、組成分析(ICP分析)と膜厚を測定した。更に、このサンプルの抵抗特性を四端針抵抗測定器で測定した。

【0032】

【表3】

| フィルム位置 (m) | 実施例 2 | | | | |
|---------------|--------------------------------|------------------|-----------|-------------|---------------------------------|
| | 組成 (%) | | 膜厚 (Å) | 表面抵抗 Ω/□ | 比抵抗 ×10 ⁻⁴ Ωcm |
| | In ₂ O ₃ | SnO ₂ | | | |
| 10 | 90.0 | 10.0 | 300 | 200 | 6.0 |
| 100 | 90.2 | 9.8 | 295 | 200 | 5.9 |
| 500 | 90.0 | 10.0 | 310 | 200 | 6.2 |
| 1000 | 90.3 | 9.7 | 280 | 200 | 5.5 |
| 3000 | 91.3 | 8.7 | 290 | 215 | 6.2 |
| 5000 | 90.8 | 9.2 | 300 | 210 | 6.2 |
| 10000 | 90.4 | 9.6 | 290 | 210 | 6.1 |
| 20000 | 90.2 | 9.8 | 300 | 20 | 6.0 |

【0033】その結果得られた透明導電膜フィルムの蒸着膜の組成比率はほぼ一定であり、また抵抗特性も良好で、長さ方向に特性の均一な長尺フィルムが得られた。

【0034】比較例2

蒸着装置は1台のEB銃と1つの蒸着源を用いたもので原料供給はホッパーと樋を用い、るつぽに連続的に供給できるようになっている(図5)。このるつぽに、In*

20*: O₃ と SnO₂ を蒸着膜の組成比に混合し入れ、供給原料も、In₂O₃ と SnO₂ 粉末の混合物を用いた。作成したサンプルを実施例2と同様にサンプリングして、組成分析、膜厚測定および抵抗測定をおこなった。

【0035】

【表4】

| フィルム位置 (m) | 比較例 2 | | | | |
|---------------|--------------------------------|------------------|-----------|-------------|---------------------------------|
| | 組成 (%) | | 膜厚 (Å) | 表面抵抗 Ω/□ | 比抵抗 ×10 ⁻⁴ Ωcm |
| | In ₂ O ₃ | SnO ₂ | | | |
| 10 | 90.0 | 10.0 | 300 | 220 | 6.6 |
| 100 | 91.2 | 8.8 | 290 | 200 | 5.8 |
| 500 | 92.1 | 7.9 | 270 | 220 | 5.9 |
| 1000 | 94.0 | 6.0 | 265 | 300 | 8.0 |
| 3000 | 96.8 | 3.2 | 225 | 620 | 14.0 |
| 5000 | 97.0 | 3.0 | 180 | 1200 | 22.0 |
| 10000 | 99.0 | 1.0 | 120 | 6000 | 72.0 |
| 20000 | 99.8 | 0.2 | 80 | <100KΩ | -- |

【0036】その結果、蒸着が進むにつれ、膜厚の変動、組成のずれが大きくなり、後ろの方は抵抗特性が不十分なものとなり使用できなかった。また、加熱による原料の飛沫をさけるためEB銃のエミッション電流は0.5Aまでしか上げることができず、フィルムの送り

速度も実施例の半分の2.5m/minまでしか上げられなかった。

【0037】

【発明の効果】本発明によると、原料供給による浄乱の影響をほとんど与えることなく、長時間の蒸着によっ

13

ても、均一な組成、特性をもつ蒸着層を連続的に作製することができる。このため、ビーム加熱源の投入パワーを大きくして、蒸着層の作製速度を大きくすることも可能である。本発明の装置および方法は、化合物および合金などを主成分とする蒸着層の作製に特に有用であり、また連続走行する基材表面に対して均一な蒸着層を連続して形成させるのに有用である。これにより長さ方向に均一な特性をもつ長尺化合物或いは合金薄膜フィルムを作製することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の蒸着装置を示す概略図である。

【図2】本発明の蒸着装置を示す概略図である。

【図3】本発明の蒸着原料の供給方法を示す蒸着源の断面図である。

【図4】本発明の蒸着原料の供給方法を示す蒸着源の断面図である。

【図5】従来の蒸着原料の供給方法を示す図である。

【図6】従来の蒸着原料の供給方法を示す図である。

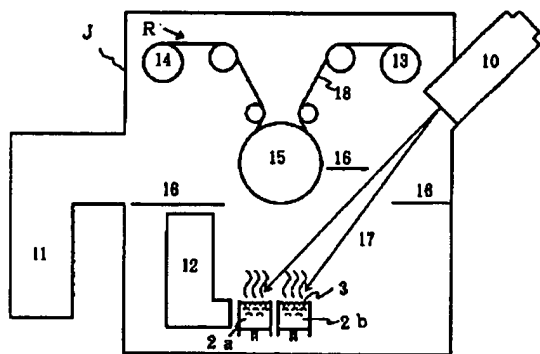
【図7】従来の蒸着原料の供給方法を示す蒸着源の断面図である。

【符号の説明】

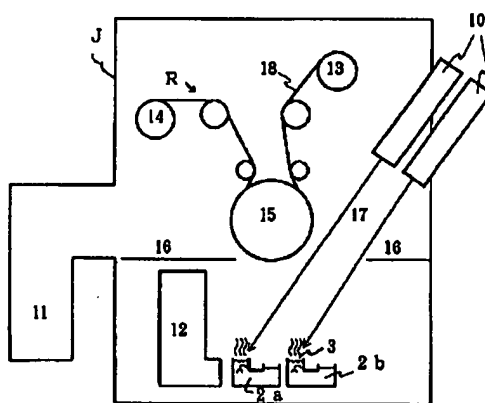
14

- | | |
|----|----------------|
| 1 | るつぼ |
| 2 | 蒸着源（蒸着原料） |
| 3 | 蒸着源の加熱面 |
| 4 | 押上具 |
| 5 | 横送り用スクリュー |
| 6 | ホッパー |
| 7 | 樋 |
| 8 | ワイヤー状蒸着源（蒸着原料） |
| 9 | ワイヤーフィダー |
| 10 | 電子ビーム銃 |
| 11 | 排気装置 |
| 12 | 2次電子トラップ |
| 13 | 巻だしロール |
| 14 | 巻取りロール |
| 15 | チルロール |
| 16 | 防着板 |
| 17 | 電子ビーム |
| 18 | プラスチックフィルム（基材） |
| 19 | 駆動軸 |
| 20 | 棒状蒸着源（蒸着原料） |

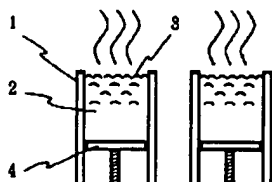
【図1】



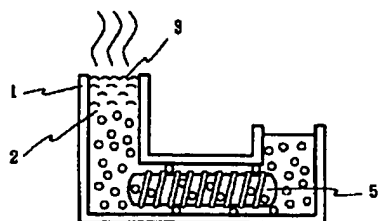
【図2】



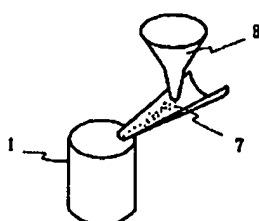
【図3】



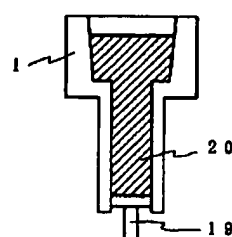
【図4】



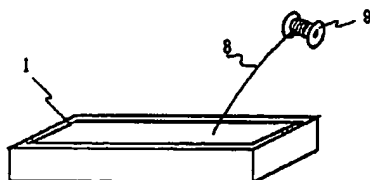
【図5】



【図7】



【図6】



フロントページの続き

(72)発明者 大谷 寿幸

滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡
績株式会社総合研究所内

(72)発明者 宇野 利夫

滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡
績株式会社総合研究所内

(72)発明者 山田 陽三

滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡
績株式会社総合研究所内